

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号

特表平6-500305

第3部門第1区分

(43)公表日 平成6年(1994)1月13日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup> 識別記号 庁内整理番号  
C 04 B 35/04 B 8924-4G  
B 01 J 2/14 2102-4G  
C 01 F 5/02 9040-4G

F I

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 6 頁)

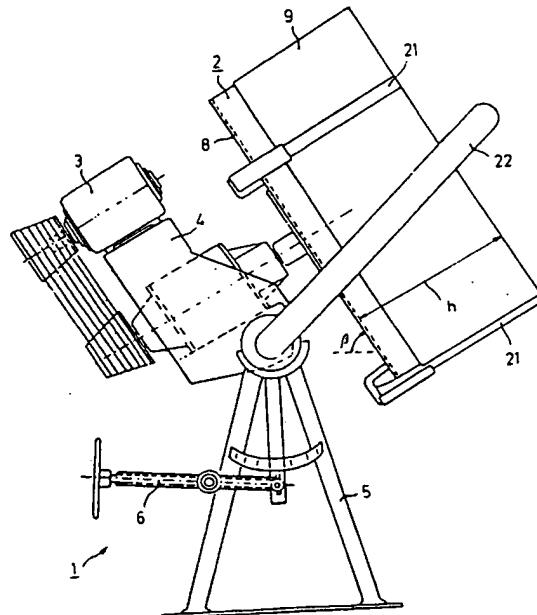
(21)出願番号 特願平3-513779  
(86) (22)出願日 平成3年(1991)8月27日  
(85)翻訳文提出日 平成5年(1993)3月5日  
(86)国際出願番号 PCT/AT91/00096  
(87)国際公開番号 WO92/04111  
(87)国際公開日 平成4年(1992)3月19日  
(31)優先権主張番号 A1815/90  
(32)優先日 1990年9月5日  
(33)優先権主張国 オーストリア(AT)  
(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE,  
DK, ES, FR, GB, GR, IT, LU, NL, SE,  
AU, CA, CS, JP, NO, US)

(71)出願人 ファイトシェル・マグネジットヴェルケー  
アクチエンゲゼルシャフト  
オーストリア国、アーダー1010 ウィーン、  
シューベルトリング 10-12  
(72)発明者 グリル, ミカエル  
イタリア国、イー96100 シラクサ、ヴィ  
ア・マスカルチア 5  
(72)発明者 ドイッチ, ヨーゼフ  
オーストリア国、アーダー8700 レオベン、  
ゲッサー・シュトラーセ 81・アー  
(74)代理人 弁理士 津国 雄 (外2名)

(54)【発明の名称】 粗粒焼結マグネシアの製造法

(57)【要約】 (修正有)

本発明は、粗粒焼結マグネシアの製造法に関する。出発原料は、活性および反応性を有する、粒子サイズが0.15mm未満の粉状酸化マグネシウムであり、この酸化マグネシウムから、ディスク面積1m<sup>2</sup>あたり毎時250kg-MgO未満の原料処理量でもって、造粒ディスク上でのペレタイジングによって、圧粉体が形成され、次いで、これが高温度での焼結・焼成に付される。



特表平6-500305 (2)

請求の範囲

1. 粉状酸化マグネシウムから出発して、これを圧粉体へと転換し、該圧粉体を高温度で焼結・焼成に付す、粗粒焼結マグネシアの製造法であって、焼結・焼成に付される圧粉体が、ディスク面積 $1\text{m}^2$ あたり毎時 $250\text{kg}\cdot\text{MgO}$ 未満の原料処理量にて造粒ディスク上でのペレタイジングによって、活性および反応性を有する粒子サイズ： $0.15\text{mm}$ 未満の粉状酸化マグネシウムから形成されることを特徴とする製造法。
2. 圧粉体へと転換される原料が、その $90\%$ が $0.1\text{mm}$ である粒度分布を有する粉碎された【奇性】酸化マグネシウムである請求項1記載の製造法。
3. 原料処理量が、ディスク面積 $1\text{m}^2$ あたり毎時 $35\sim220\text{kg}\cdot\text{MgO}$ に保持される請求項1または2記載の製造法。
4. 原料処理量( $\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ )を示す横軸、および酸化マグネシウムの粒子サイズの中央値: $d_{50}$ を示す縦軸によって形成される範囲の象限の、下記のコーナー・ポイント(A)～(F)によって囲まれたエリヤ領域内にある原料処理量で造粒が操作される請求項3記載の製造法。

(A)  $21\mu\text{m}, 25\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$   
(B)  $21\mu\text{m}, 70\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$   
(C)  $3.0\mu\text{m}, 220\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$   
(D)  $0.5\mu\text{m}, 220\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$   
(E)  $0.5\mu\text{m}, 75\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$

5. 造粒ディスク上の原料の平均滞留時間が、 $0.5\sim2$ 時間、造粒の際に維持される請求項1～4のいずれか一項に記載の製造法。
6. リムの高さが、ディスク径の4分の1を上回る造粒ディスクが用いられる請求項1～5のいずれか一項に記載の製造法。
7. 水平線に対する造粒ディスクの傾斜:  $\theta$ が $55^\circ\sim65^\circ$ である造粒ディスクを用いて操作される請求項6記載の製造法。
8. 造粒のためのバインダとして水が用いられる請求項1～7のいずれか一項に記載の製造法。
9. 焼結・焼成に際して実質的に残留物を残すことなく揮発し、または、残留物として酸化マグネシウムを形成する、例えば硫酸マグネシウム、塩化マグネシウムまたはリグニンスルホン酸マグネシウムのようなバインダ原料の水溶液または懸濁液が造粒のためのバインダとして用いられる請求項1～7のいずれか一項に記載の製造法。

明細書

粗粒焼結マグネシアの製造法

「技術分野」

本発明は、粉状酸化マグネシウムから出発して、これを圧粉体へと転換し、この圧粉体を高温度での焼結・焼成に付す、粗粒焼結マグネシアの製造法に関する。

「背景技術」

焼結マグネシア製品において、所望の高温強度を得るには、充分に高い密度の焼結マグネシアとすることが必要であって、通常、「シンター(Sinter)」と略称されている。既して、焼結マグネシアの $3.3\text{g/cm}^3$ という見かけの密度は、最小値とみなされるが、目標となるのは、 $3.4\text{g/cm}^3$ を超える見かけの密度を達成するである。この目標に達するためには、原料の焼焼が起こるところの高温度での焼結処理に付そうとする圧粉体は、少なくとも約 $1.7\text{g/cm}^3$ の、好ましくは $2.3\text{g/cm}^3$ を上回る充分に高い密度と、種やかな焼成でもかなりの締め固めがなされる傾向にある構造と、を既に保有していかなければならない。そのような圧粉体を形成するには、これまで、機械的プレス手段、この締め固めに特に用いられてきたいわゆるブリッケティング・ローラプレスを用いて、酸化マグネシウムが締め固めされてきた。しかし、上記の要求を満たす密度の圧粉体を形成するために機械的プレス手段を用いることは、比較的巨額の資本投下と、操作においてかなりの量のエネルギー消費

と、を必要とする。何となれば、粉状酸化マグネシウムを締め固めるには、非常に強い力を印加しなければならないからである。しかしながら、強い力の印加にもかかわらず、該プレス手段によって得られる圧粉体の大半は、甚だしく低い機械的強度を有するものである。そのような圧粉体は、加圧に続く操作の際に崩壊する。これらの圧粉体に含まれた原料を再処理するには、該原料を細分し、反復的な加圧に付さなければならず、このことは、加圧に必要なエネルギー消費の多大の増加、および、それに対応する、加圧工程での製造出力の低下を招く。実際、処理されるべき酸化マグネシウムのかなりの部分が、数回も締め固めされなければならない。

「発明の開示」

上記の公知の技術よりも実質的に少ない投資および操作エネルギーコストでの充分に緻密に焼成された粗粒焼結マグネシアの製造を許す、冒頭に記載した形式の方法を提供することが本発明の目的である。本発明の方法、それは、冒頭に記載した形式のものであって、焼結・焼成に付される圧粉体が、ディスク面積 $1\text{m}^2$ あたり毎時 $250\text{kg}\cdot\text{MgO}$ 未満の原料処理量にて造粒ディスク上でのペレタイジングによって、活性および反応性を有する粒子サイズ： $0.15\text{mm}$ 未満の粉状酸化マグネシウムから形成されることを特徴とする。そのような反応性を有する酸化マグネシウムは、例えば【奇性】焼成マグネシアである。好ましくは、原料の $90\%$ が $0.1\text{mm}$ 未満である粒度分布を有す

特表平6-500305(3)

る粉砕された〔奇性〕酸化マグネシウムが圧粉体へと転換される。この粒子サイズの〔奇性〕酸化マグネシウムが、概して、好都合な条件で入手し得るから、このことは、経済的側面からも特に有利である。

上記の目的は、本発明によれば、ここで考案中の形式におけるプロセスのデザインでもって充分に達成することができる。造粒ディスク上でのペレタイジングは、比較的小さい駆動力で実施することができ、指示された条件を保持しつつ、上記のような充分に高い密度を有する圧粉体の形成を許容する。

ここで、細粒からなる物質の粒子を粗大化するためにペレタイジングを用いることは、例えばセメント原粉の処理または細粒鉄鉱石の処理を始めとする各種の技術分野において公知であることが言及されるであろう。通常、ペレタイジングのための備えがなされているこれらの公知の技術分野においては、造粒ディスクの使用によって与えられる原料処理量は、ディスク面積 $1\text{m}^2$ あたり毎時1~8トンである。そのような公知の技術を用いても、粉状酸化マグネシウムを団結させて、それに続く高温度での焼結・焼成の間、適切な更なる締め固めに堪えるに充分な密度を有する圧粉体を形成することは、実質的に不可能である。これまで慣用されてきた造粒を特徴づける諸要素からの離脱のみが、それが本発明の方法が意図するものであるが、特にこれまで慣用されてきた原料処理量からの離脱のみが、本発明の方法において、それに続く高温度での焼結・焼成という操

作を問題なしに許す密度および強度を有する圧粉体を簡単な方式で得ること、そしてそれ故に、この高温度での焼成の過程での、更なる実質的な締め固めを達成することを可能にする。造粒ディスク上で実施されるペレタイジングを用いることは、造粒ディスクから排出される粒状物が自動的に分級されるという更なる利点も有する。それは、その時点で造粒ディスク上に存在する最っとも大きな粒状物のみが排出され、より小さい粒状物は、それらが造粒ディスク内に留まる限り従来的にサイズが増大するようにして行われる。造粒ディスク内で形成された圧粉体の造粒ディスクからの排出は、そのような造粒ディスクの意図的な構造によって自動的に実施される。そのような造粒ディスクは、ディスクの底部の縁部から上方に延伸するリムを有する円筒形の皿状体であり、この皿状体は、該皿状体の底部の中心に位置する軸を中心として回転可能に取り付けられている。ディスクの底部を通して挿する平面は、水平線に対する角度：約40~70°の傾斜をもって延伸している。団結させようとする原料は、バインダとともにこのディスクに従来的に供給され、そしてディスクの分級作用を受けて、最初はディスクの最下点の領域へと進んでいく。ディスクの回転によって、供給された原料は、徐々に団結して漸次成長体となり、サイズの増大とともにディスク内を上昇して、最終的にはリムの縁部を越えて排出される。こうして、その時点で最っとも大きな粒状物は、溢流部で造粒ディスクから離脱していく。一方、細か

い粒状物は、より大きな粒状物となるまで造粒ディスクのソリッド・ベッドの最下点に留まる。こうして、非常に良好に形成された、本方法によれば良好な強度をも有する粒状物が、微細な原料を実質的に随伴することなく造粒ディスクから排出される。

本発明の方法で製造され、かつ圧粉体を形成する、可能な限り高い密度の粒状物を得るためにには、好ましくは、原料処理量（それは粒子サイズ次第ではあるが）は、ディスク面積 $1\text{m}^2$ あたり毎時3.5~22.0kgに保持されることが、本発明の方法において規定される。被処理粉状酸化マグネシウムが比較的大きな粒子サイズを有する場合には、所望の高密度を有する圧粉体を簡単な方法で得るためにには、概して、この範囲の下限寄りの原料処理量が望ましい。

原料処理量に関しては、好ましくは、本発明の方法の実施態様として提示される。それは、原料処理量( $\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ )を示す横軸、および酸化マグネシウムの粒子サイズの中央値: $d_{50}$ (平均粒子サイズ)を示す縦軸によって形成される範囲の象限の、以下に示すコーナー・ポイントによって固定されるエリア領域内にある原料処理量で造粒が操作され、このエリア領域のコーナー・ポイントは、ほぼ

- (A) 2.1  $\mu\text{m}$ ,  $2.5 \text{ kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$
- (B) 2.1  $\mu\text{m}$ ,  $7.0 \text{ kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$
- (C) 3.0  $\mu\text{m}$ ,  $2.20 \text{ kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$

(D) 0.5  $\mu\text{m}$ ,  $2.20 \text{ kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$

(E) 0.5  $\mu\text{m}$ ,  $7.5 \text{ kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$

(F) 10  $\mu\text{m}$ ,  $2.5 \text{ kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$

に位置することを特徴とする。コーナー・ポイント(D)、(E)、(F)および(A)と、横軸および縦軸との間に位置するエリア領域内では、操作は、技術的観点から可能であるが、経済的に不利である。また、造粒の際に造粒ディスク上の原料の平均滞留時間が、約0.5~2時間、好ましくは約1時間に保持されたときが好都合である。この目的のために、ある定められたディスク傾斜の時、造粒ディスク内の原料の意図された平均滞留時間を保証する、動的なディスク内容物量が確立されるように、造粒ディスクのリムの高さを選定することができる。それから、リムの高さがディスク径の4分の1より大なる造粒ディスクを用いたときが好都合である。水平線に対する造粒ディスクの傾斜： $\beta$ は、好都合には $55^\circ$ ~ $65^\circ$ となるように選定される。造粒ディスクの回転速度は、造粒ディスク内に存在する原料の細粒分が回転方向に造粒ディスク上頂端の直下まで運ばれるように経験に従い適切に選定される。このようにして、円滑なディスク操作、および粒状物の最大分級を達成することができる。最も簡単なケースでは、造粒のためのバインダとして水を用いることができる。その添加量は、形成されつつある粒状物を観察することによって、経験的に確定することが可能である。その目的は、満足させ得るバイ

## 特表平6-500305 (4)

ンダの可能最少量を見いだすことにある。バインダの量を適正に設定すれば、滑らかな表面を有する粒状物が得られる。多すぎるバインダ（例えば水）の添加は、ほとんどの場合、得られる粒状物の外観は、ブラックベリーのような結果となるし、少なすぎるバインダ（例えば水）の添加は、得られる粒状物は、その表面がゴルフボールの外観（表面上にへこみがある）を呈する結果となる。造粒のためのバインダとしての水の使用は、干涉効果を有する可能性のある外来物質がバインダによって粒状物中に持ち込まれることがないという利点を有する。

水のみを用いて団結せしめられた圧粉体の焼結・焼成においては、注意深い操作が必要である。水のみを用いて団結せしめられた粒状物は、約400℃～700℃の範囲における加熱の際に強度の低下を被るからである。焼結・焼成に際して実質的に残留物を残すことなく揮発し、または残留物として酸化マグネシウムを形成する、例えば硫酸マグネシウム、塩化マグネシウムまたはリグニスルホン酸マグネシウム（亜硝酸バルブ液）のようなバインダ原料の水溶液または懸濁液を造粒バインダとして用いることによって、これに対処することができる。

### 「図面の簡単な説明」

図1は、造粒ディスクを備えた造粒装置の一例の側面図である。図2は、造粒ディスクの正面図、図3は、図2のIII-III線に沿って切断した断面におけるそのような造粒ディスクを示している。図4は、処理しようとする粉状酸化マグネシウム

の、ある規定された粒子サイズにおける原料処理量を選定するためのダイヤグラムである（図中の番号：1～14は、表2の実施例の番号に対応したものである）。

### 「発明を実施するための最良の形態」

ここで、図面および実施例を参照して、本発明を更に詳細に説明する。

図1に示した造粒装置（1）は、モータ（3）を備えた駆動ユニット（4）に回転自在に取り付けられ、支持フレーム（5）上でこの駆動ユニットとともに旋回し得るように配設された造粒ディスク（2）を有する。ここで、水平線（7）に対する造粒ディスク（2）の傾斜角θは、旋回装置（6）を用いて調整することができる。造粒ディスクの回転速度は調整可能である。造粒ディスク（2）は、好ましくは、平坦な底部（8）（言うならば、内蔵物、段差などがないように設計されている）を有し、その周縁沿いにリム（9）が備えられている。造粒装置のこの態様においては、リム（9）は、ホルダ（21）上をその高さが調整できるように室内される。その結果、リムの高さ：hは、個々の場合において所望の値に調整することができる。フレーム（5）に固定されたサポート（22）は、補助的装置、例えばスプレー装置またはスクラバーを取り付けるためのものである。

図2および3には、造粒ディスク（2）にておこなわれる造粒工程を機能させるモードが模式的に示されている。それから

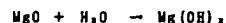
ペレタイジングによって圧粉体が形成される粉状の原料は、部域（10）で造粒ディスクに供給され、矢印（11）で示されるその回転によって、その回転の方向に造粒ディスク内を運ばれる。それは、図2に示した実施例における領域（12）にて起こるのであるが、粒子に作用する重力の力が勝ると直ちに、粒子は、造粒ディスク（2）の下部領域（13）へと落下する。領域（20）において、バインダ、例えば水が造粒ディスク内へとスプレーされる。その結果、造粒ディスク内に存在する原料の転落運動の過程を通して、粒子は集合して球形の粒状物を形成し、これらは造粒工程の過程で、更なる原料との継続的な合体によって成長する。回転方向（11）から検分される通り、領域（12）において、より大きい粒状物または粒状体が最初に落下し、次いで、中程度の大きさの粒状物（15）が、そして最後に、細粒を形成する粒子（16）が造粒ディスクの下部領域（13）に落下する。粒子が造粒ディスク内をその回転によってそこまで運ばれる領域（12）の位置は、造粒ディスクの回転速度を変化させることによって調整することができる。造粒ディスクの回転速度は、好ましくは、細粒画分を形成している粒子（16）が造粒ディスクの上頂端（17）の直前まで運ばれるよう調整される。そのような調整は、細粒画分を形成している粒子が、造粒ディスクの下部領域（13）の底部に位置し、より大きい粒状物または粒状体（14）が、上部に位置するようにして造粒ディスク（2）内での自動的な

分級を助ける。微粉状の原料が造粒ディスクに連続的に供給される（これは計量装置、例えばプロポーショニング・ベルト検量装置を介して実施できる）ならば、造粒ディスク（2）のリム（9）の縁部越しの最も大きな粒状物（14）の排出が、部域（18）に示される通り、連続して自動的に行われる。これらの粒状物（14）が、ペレタイジングによって形成された圧粉体の典型である。より小さい、及び／又は中程度の大きさの粒状物（15）は、造粒ディスク（2）の中に入り込んでいる限り、細粒画分を形成している粒子（16）の合体によって、持続的にそのサイズが増大する。

### 実施例1：

内蔵物や段差などがない平坦な底部を有し、底面が水平線に対して60°の角度θで傾斜している直径：1,000mm、リムの高さ：500mmの造粒ディスクに、粉状の【苛性】焼成された合成マグネシアを、造粒ディスクの0.785°という面積に対して100kg/m²·hの割合で連続的に投入した。投入には、プロポーショニング・ベルト検量器を用いた。同時に、バインダとして水を、マグネシア1トンあたり200リットルの割合で割り分、流量計および扇状のノズルを介して、造粒ディスクにスプレーした。これに代えて、リグニスルホン酸マグネシウムまたは塩化マグネシウムもしくは硫酸マグネシウムの水溶液の形態の水性バインダも用いた。造粒ディスクの回転速度は、造粒ディスク内に存在する原料の細粒画分が、回転

によって造粒ディスクの上頂端付近にまで運ばれるように、  
18~21 rpm の範囲内に経験的に調整した。10~25 mm の  
直径の粒状物が連続的に排出された。造粒ディスクへの原料の  
スティッキングを防ぐために、造粒装置のフレームに取り付け  
られたスクリーパーが装備された。強化マグネシウムへの水性バ  
インダの添加は、



という反応の際に放出される反応エンタルピーに起因して、造  
粒ディスクの内容物の加熱を招く。したがって、排出された粒  
状物は130~150°Cの温度であった。水をバインダとして  
用いたとき、該粒状物は、約1,000~1,300 Nという  
スポット圧縮強度を有していた。圧粉体を代表する粒状物の見  
かけの密度は、乾燥状態で2.2~2.5 g/cm³であった。次  
いで、これらの粒状物、すなわち圧粉体を2,000°Cで焼成  
した。焼成後のそれらは、3.41 g/cm³という密度を有して  
いた。

#### 実施例2~14:

操作手順は、実施例1と同様であって、異なる4種類の〔苟  
性〕焼成マグネシアを出发原料として用いたが、その平均粒子  
サイズ（中央値：d<sub>50</sub>、すなわち原料の50%が指示された値  
を下回るときの粒子サイズ）、および重量%（質量%も）で表  
したそれらの組成を下記の表1に示す。個々の実施例に用いた  
原料、その量、および得られた製品の分析値、ならびに圧粉体

表2

実施例 No.	前性 MgO 原料の粒 子サイズ (d <sub>50</sub> ) (μm)	強化 粉の粒 子サイズ (d <sub>50</sub> -N) (μm)	MgO原料 の平均粒 子サイズ (d <sub>50</sub> -H) (μm)	圧粉体 の形状 寸法 (mm)		圧粉体 の表面 温度 (K)	圧粉体 の表面 温度 (K)	焼成 温度 (°C)	焼成 温度 (K)	焼成 時間 (min)	焼成 温度 (K)
				圧粉体 の形状 (mm)	圧粉体 の形状 (mm)						
1	2	1a	0.9	1.0	1.0	1000	1000	1000~1300	1000~1300	100	1000~1300
2	3	1a	1.0	1.0	1.0	100	100	100~150	100~150	150	100~150
3	4	1b	1.0	1.0	1.0	100	100	100~150	100~150	150	100~150
5	5	1b	2.0	2.0	2.0	100	100	100~150	100~150	150	100~150
6	6	1b	3.0	3.0	3.0	100	100	100~150	100~150	150	100~150
7	7	2a	16.3	16.3	16.3	100	100	100~150	100~150	150	100~150
8	8	2a	16.3	16.3	16.3	100	100	100~150	100~150	150	100~150
9	9	2a	16.3	16.3	16.3	100	100	100~150	100~150	150	100~150
10	10	2a	16.3	16.3	16.3	100	100	100~150	100~150	150	100~150
11	11	2a	20.1	20.1	20.1	100	100	100~150	100~150	150	100~150
12	12	2a	20.1	20.1	20.1	100	100	100~150	100~150	150	100~150
13	13	2a	20.1	20.1	20.1	100	100	100~150	100~150	150	100~150
14	14	2a	20.1	20.1	20.1	100	100	100~150	100~150	150	100~150

特表平6-500305 (5)

を焼成する際に事例のそれぞれにおいて適用された温度が、下  
記の表2に列挙されている。個々の実施例で企図された、原料  
処理量（造粒ディスクへの原料供給量）と用いた特定のマグネ  
シアの平均粒子サイズとの組合せを図4の中に記入し、本発  
明の範囲の中にあって好適である運転領域、すなわち、コー  
ナー・ポイント（A）～（E）を通る線の軌跡内に位置する領  
域も同図中に書き入れた。

表1

強化マグネシアム 組成	強化マグネシアムの種類			
	1 合成マグネシア	2 天然マグネシア イト(MgCO <sub>3</sub> )の燒 成によって得られ たマグネシア	2a	2b
平均粒子サイズ d <sub>50</sub> : [μm]	1a	1b	2a	2b
CV Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> CaO SiO <sub>2</sub> MgO (焼かれた もの)	[%] [%] [%] [%] [%]	[%] [%] [%] [%] [%]	1.57 0.02 0.42 0.03 99.45	3.3 5.37 1.92 0.42 91.8

